

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-087899  
 (43)Date of publication of application : 18.03.2004

(51)Int.Cl. H01L 39/04  
 G01R 33/035

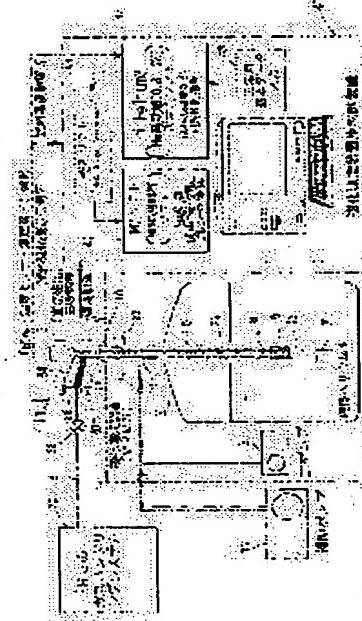
(21)Application number : 2002-248325 (71)Applicant : NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED  
 INDUSTRIAL & TECHNOLOGY  
 (22)Date of filing : 28.08.2002 (72)Inventor : SHIRAKAWA NAOKI

## (54) MAGNETIZATION MEASURING APPARATUS USING HELIUM-3 REFRIGERATOR

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetization measuring apparatus using a helium-3 refrigerator, in which ultra-low temperatures of about 0.3K can be generated, by only adding a simple means to a magnetic property measurement system (MPMS) by using widely-used MPMS, and a magnetization characteristic can be measured at ultra-low temperatures.

**SOLUTION:** A specimen rod 5 is put in a main pipe 23 of a helium-3 refrigerator 20, this main pipe 23 is inserted into a cylinder 8 in the sample chamber of a magnetization measuring apparatus 1, and an opening 17 at a lower end of a box 16 is sealed hermetically and fixed to the cylinder 8 in the sample chamber. An upper end of the main pipe 23 is connected to a helium-3 gas handling system 30 with a bellows 28, and a connector of the sample rod 5 is connected to a controller 40 for the magnetization measuring apparatus as an external unit with a signal line 34. The inside of a liquid helium envelope 2 is evacuated by a main pump 9 and an auxiliary pump 11, thereby lowering the temperatures of the sampling chamber down to 1.5K, and liquid helium 3 is collected in the main pipe 23. By evacuating over the liquid helium, the sample environment temperature is lowered down to 0.3K.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 09.10.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
 examiner's decision of rejection or application  
 converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
 rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision  
 of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]

The sample rod which fixed the sample,

The helium-3 refrigerator equipped with the main pipe which equips with said sample rod and forms in the perimeter of this sample rod the space which cools by helium-3,

The helium-3 refrigerator use magnetization measuring device characterized by having a barrel equipped with said helium-3 refrigerator, and the MPMS magnetization measuring device which equipped this barrel periphery with the cooling means by helium-4, and was equipped with a superconductive magnet, magnetic field means forming, the temperature adjustment device, and the magnetic field adjustment device.

[Claim 2]

Bellows which opens the main pipe and an external helium-3 feeder for free passage,

Said helium-3 refrigerator is a box for maintaining the space of the movable range of said bellows at an airtight condition, and lower limit opening prepared in order to equip said barrel with a box in the airtight condition,

The signal line which connects said sample rod and external control unit,

The helium-3 refrigerator use magnetization measuring device according to claim 1 characterized by equipping said sample rod with a thermometry means and a temperature adjustable means.

[Claim 3]

The helium-3 refrigerator use magnetization measuring device according to claim 1 characterized by having the auxiliary pump of separate installation with said main process pump for MPMS at the cooling means by said helium-4.

[Claim 4]

The helium-3 refrigerator use magnetization measuring device characterized by having the control unit for magnetization measuring devices which connects with said MPMS, a helium-3 refrigerator, and a sample rod, and performs magnetic field control, sample temperature control, and measurement actuation.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]****[Field of the Invention]**

This invention generates the very low temperature to 0.3K only by adding easy equipment, and relates to the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device which enabled it to perform desired magnetization measurement easily while it uses MPMS which can generate about 1.8K very low temperature especially using helium-4 from the former about a magnetization measuring device required to study the physical properties at the time of the very low temperature of various matter and helium-3 is further used for it.

**[0002]****[Description of the Prior Art]**

a measuring device called MPMS (Magnetic Property Measurement System) of U.S. Quantum Design about this present and magnetization measurement although magnetization measurement is an indispensable means in order to study various kinds of physical properties, such as the magnetic substance and a superconductor, — a de-facto standard — it is widely used as a measuring device.

**[0003]**

Although the upper limit of the measurement temperature of this MPMS attains to 800K by introducing an elevated-temperature option, the minimum remains in 1.8K by reduced pressure of liquid helium-4. Therefore, it is impossible to perform that magnetization measurement by this MPMS on the occasion of research of a superconductor with unique superconducting oxide of Ru system which attracts attention in recent years and whose superconducting transition temperature is before and after 1K, or Re system, various heavy electronic system superconductors, etc. In addition, when giving the example of the magnetic substance, since a ferromagnetic transition temperature of pNPNN which is a world's first pure organic ferromagnetic was 0.6K, research was done with handmade equipment.

**[0004]****[Problem(s) to be Solved by the Invention]**

As mentioned above, since temperature fell only to about 1.8K, MPMS widely used from the former was not able to perform magnetization measurement of the various matter which attracts attention as mentioned above in recent years. although it is necessary to create the equipment which can perform magnetization measurement or less by 1.8K specially, since [ therefore, ] it becomes the so-called custom-made item in that case — a very expensive thing — not becoming — since it does not obtain and there is no versatility, it is difficult to use the created equipment in an extensive field.

**[0005]**

Moreover, it is very difficult to constitute from equipment of such a custom-made item so that direct-current magnetization can be measured using a superconducting interference component (SQUID), and measuring alternating current magnetization is only lost. However, the measurement by such alternating current magnetization has low sensitivity, and cannot judge magnitude of magnetization directly. Furthermore, even if it was the case where direct-current magnetization was measured, outdated measuring methods, such as a drawing method, an oscillating sample method, and the magnetic field \*\*\*\* method, will be used, and it was not able to measure using SQUID of super-high sensitivity. Therefore, it was, without the ability receiving the benefit of super-high sensitivity obtained by using the above SQUID.

**[0006]**

Therefore, this invention sets it as the main purpose to offer the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device which it enables it to make generate about 0.3K very low temperature only by adding an easy means to it, and enabled it to measure a magnetization property by high sensitivity under the very low temperature using MPMS (Magnetic Property Measurement System) widely used from the former.

**[0007]****[Means for Solving the Problem]**

the present condition with above this invention — being based — current — the equipment in which the magnetization measurement under the very low temperature to 0.3K is possible is developed using MPMS as a magnetization measuring device of marketing used widely. Moreover, it enables it to perform the electric resistance to 0.3K, and hall effect measurement by using together the technique shown in the application for patent No. 353149 [ 2001 to ] which is invention of the point by this equipment and this artificer.

**[0008]**

The fundamental view of this invention is lowering the space which is 1.8K which MPMS offers to 1.5K with an auxiliary rotary pump, inserting the small helium-3 refrigerator which can move up and down in it, and making the whole refrigerator go up and down in the pick up coil, and measures direct-current magnetization. A helium-3 refrigerator can lower the temperature of a sample to 0.3K. Unlike the case where only a sample is made to go up and down in liquefaction helium-3, by making the whole refrigerator go up and down, sample temperature can be kept constant. Based on the above fundamental technical thought, this invention adopts the following configurations in order to solve the above-mentioned technical problem.

[0009]

Namely, the helium-3 refrigerator equipped with the main pipe which invention concerning claim 1 equips with the sample rod which fixed the sample, and said sample rod, and forms in the perimeter of this sample rod the space which cools by helium-3. The barrel equipped with said helium-3 refrigerator and this barrel periphery are equipped with the cooling means by helium-4. It considers as the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device characterized by having the MPMS magnetization measuring device equipped with a superconductive magnet, magnetic field means forming, the temperature adjustment device, and the magnetic field adjustment device.

[0010]

Moreover, the bellows with which invention concerning claim 2 opens the main pipe and an external helium-3 feeder for free passage and said helium-3 refrigerator. The box for maintaining the space of the movable range of said bellows at an airtight condition, Lower limit opening prepared in order to equip said barrel with a box in the airtight condition, It considers as the signal line which connects said sample rod and external control unit, and the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device according to claim 1 characterized by equipping said sample rod with a thermometry means and a temperature adjustable means.

[0011]

Moreover, invention concerning claim 3 is taken as the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device according to claim 1 characterized by having the auxiliary pump of separate installation with said main process pump for MPMS at the cooling means by said helium-4.

[0012]

Moreover, it connects with said MPMS, a helium-3 refrigerator, and a sample rod, and invention concerning claim 4 is taken as the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device characterized by having the control unit for magnetization measuring devices which performs magnetic field control, sample temperature control, and measurement actuation.

[0013]

#### [Embodiment of the Invention]

The example of this invention is explained along with a drawing. Drawing 1 is drawing having shown the software configuration of the control unit for magnetization measuring devices while showing typically the structure of the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device by this invention. The basic configuration of the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device in this drawing uses the magnetization measuring device 1 using the main components of the equipment which calls MPMS as mentioned above and is widely used from the former. Wearing of the helium-3 freezer 20 which is mentioned later is enabled, and it enables it to equip the internal liquid helium container 2 with the sample rod 5 from upside opening in this equipment like what is used from the former into this helium-3 freezer 20 at MPMS.

[0014]

The basic function as a measuring device in this magnetization measuring device 1 can detect now the minute magnetic field generated by the magnetic sample fixed to the sample rod 5 with the SQUID component adapting the Josephson effect of a superconductor, and can perform measurement of the Meissner Effect of the magnetic susceptibility of the quality of a magnetic matter, a magnetization curve, and a superconductor sample etc.

[0015]

The cylinder-like outer case 6 is hung from the up opening in the liquid helium container 2 which holds liquid helium-4, and the more detailed configuration of the above-mentioned magnetization measuring device 1 and helium-3 freezer 20 grade equips the lower limit side with the capillary 7 which extends and carries out opening into RIUMU 4 to the liquid stored in the liquid helium container 2, as shown in the mimetic diagram having expanded and shown the configuration in drawing 2 in part as an exploded view at drawing 3.

[0016]

This outer case 6 was prolonged in the upper part exterior of the liquid helium container 2, that side-attachment-wall section is equipped with the opening 19 for pump connection, and the main process pump 9 which it has in the conventional MPMS is connected to the opening 19 for pump connection by piping 10.

Furthermore, as this equipment is shown in drawing 1 to said piping 10, the auxiliary pump 11 is also connected, and it enables it to make the inside of the sample room 12 into low temperature more by operating this auxiliary pump 11 in addition to actuation of a main process pump 9 so that it may mention later.

[0017]

While having the sample indoor cylinder-like cylinder 8 inside an outer case 6 and equipping with an end face 13 the location which is distant from opening of a capillary 7 in the lower limit of the sample indoor cylinder 8 The drive 33 which the part to which a part of bulb for an edge to extend up further rather than the upper

limit section of an outer case 6, form the sample wearing opening 14, and intercept measurement space from atmospheric air directly under the and sample rod are thick is caught [ drive ], and moreover moves a sample rod up and down exists. Moreover, it can connect now with the lower limit opening 17 of the lid 15 as shown in drawing 2 (c), and the box 16 as shown in this drawing (b) by the seal members 18, such as a Wilson seal with sufficient sealing performance, to the sample wearing opening 14. In addition, if a Wilson seal tightens \*\*\*\* and is full, an O ring can bind a central pipe tight and it can close a vacuum. This seal part is not restricted to a Wilson seal method, and may consist of flanges using O ring gasket again.

[0018]

As shown in drawing 2 (a), by opening the lid 36 of the helium-3 freezer 20 as shown in drawing 2 (b), from the sample rod wearing opening 24 formed in the upper limit section of the main pipe 23, the sample rod 5 which fixed the members 21 for measurement, such as two or more test pieces, a heater, and a temperature sensor, caudad can be inserted into the main pipe 23, and it can equip with it. In addition, when the sample rod 5 is inserted into the main pipe 23 as mentioned above, it enables it for the seal members 38, such as a Wilson seal prepared in sample rod wearing opening 24 part, to perform a seal with sufficient sealing performance. In addition, in an illustration example, the heat insulation vacuum member 29 is formed in the lower periphery of the main pipe 23, and it is made to perform heat insulation for the main pipe 23 interior from the space of the sample room 12 of the exterior.

[0019]

The helium-3 freezer 20 connects between the opening 25 prepared in the up side attachment wall of the main pipe 23, and the openings 27 of the side attachment wall 26 of a box 16 with bellows 28, and enables it to perform reduced pressure by the exhaust air in the main pipe 23, installation of the helium-3 to the main pipe 23, and discharge of evaporation helium-3 so that it may mention later by the gas handling system 30 of helium-3 as shown in the mimetic diagram of drawing 2 (b) or drawing 3. In addition, between the gas handling system 30 of helium-3, and opening 27, it connected by piping 31 and the bulb 32 is formed in the middle.

[0020]

Moreover, it sets to what formed the gas handling system 30 of such helium-3. As opposed to the box 16 which makes the main pipe 23 movable to a box 16, and is fixed to the outer case 6 of the magnetization measuring device 1 by that cause Vertical movement of the main pipe 23 is enabled with migration equipment 33, and the sample rod 5 is moved up and down at the time of measurement, and the pick up coil twisted around the periphery of an outer case 6 is made to generate the induced electromotive force proportional to magnetization of a sample, and it detects in SQUID to it.

[0021]

When the main pipe 23 is equipped with the sample rod 5 as are shown in drawing 2 (b), and it has extended and a signal line 34 is shown in drawing 1 and drawing 3 to the side attachment wall 26 of a box 16 to the interior, it connects with the connector 35 prepared in the upper limit section of the sample rod 5. Thereby, transfer of the control unit 40 for magnetization measuring devices and a signal as shown in drawing 1 is enabled. In addition, also in the magnetization measuring device 1, the control unit 40 for magnetization measuring devices and connection are possible because of magnetic field control of the interior, and temperature control.

[0022]

As shown in drawing 1, in order that the control unit 40 for magnetization measuring devices can make it operate using the MV (Multi-View) software 41 which already exists as software for control of the magnetization measuring device 1 from the former and may perform magnetization measurement of the temperature requirement of 0.3-2K of helium-3 using the helium-3 freezer 20 in this invention, it uses further the software 42 shown as i-Helium3 in drawing.

[0023]

As I/O with the sample and thermo-sensor heater on the sample rod 5 can be performed directly independently and this magnetization measuring device can perform predetermined actuation with the software 42 of this i-Helium3, the user is made to perform the master data input 43 for measurement as a measurement actuation command beforehand. The command of the software of i-Helium3 operates the MV software 41 through the HSP software 44 used widely now, and enables it for the sequence control means of the MV software 41 to perform magnetic field control in the magnetization measuring device 1, magnetization measurement of a sample, input process of a sample magnetization measurement signal, etc. during measurement actuation by that cause.

[0024]

The use is faced in the helium-3 refrigerator use magnetization measuring device by this invention constituted combining the above equipments. From the condition that each part material is decomposed as shown in drawing 2 at first, the sample rod 5, with which the thermo sensor and the heater are being fixed as shown in drawing 2 (a) is equipped with a sample. After opening the lid 36 of the head-lining section of the box 16 as shown in drawing 2 (b) and inserting into the sample rod wearing opening 24 of the main pipe 23, as shown in drawing 3, the seal members 38, such as a Wilson seal of the upper limit section of the main pipe 23, perform a seal certainly.

[0025]

Then, the connector of the signal line 34 which has extended in a box 16 is connected with the connector 35

of the sample rod 5 upper part. Measurement and its control of sample temperature are performed through this signal line 34. Subsequently, the lid 36 of the box 16 head-lining section is shut, and the interior is sealed. Then, by the gas handling system 30 of helium-3 shown in drawing 1, the preliminary exhaust air of the inside of the main pipe 23 is carried out by the high vacuum exhaust air system through bellows 28, and a bulb 32 is closed in the condition.

[0026]

Subsequently, sample space is heated to 300K using the function of MV software which is the MPMS control software of the control unit 40 for magnetization measuring devices, a vent valve is opened, the curtain of gaseous helium is made to be made and the lid 15 of the sample wearing opening 14 of the topmost part of the sample indoor cylinder 8 shown in drawing 2 (c) is opened. Insert the main pipe 23 of the helium-3 freezer 20 which equipped with the sample rod 5 as mentioned above to this sample wearing opening 14, the sample wearing opening 14 and the lower limit opening 17 of a box 16 are made to contact, and it closes by the seal member 18. In addition, since the reference standard of MPMS of seal nature is [ this seal member 18 ] inadequate, it is exchanged for a Wilson seal as mentioned above, and is raising seal nature.

[0027]

Then, releasing a bulb 32 and exhausting the inside of the main pipe 23 to a high vacuum by the gas handling system 30 of helium-3, a main process pump 9 is operated by the function of the MV software 41 which is the control software of MPMS in the control unit 40 for magnetization measuring devices, and sample space is cooled to 1.8K. If the auxiliary pump 11 which consists of a rotary pump etc. here is worked further, the temperature of sample space can be lowered to about 1.5 K.

[0028]

In this condition, if helium-3 gas (3helium gas) is introduced in the main pipe 23 through a liquid nitrogen trap, helium-3 gas will be liquefied by actuation of the helium-3 gas handling system 30, and it will store under the main pipe 23 by it. It becomes possible after the reservoir of the liquefaction helium-3 gas of the specified quantity to maintain the perimeter of the sample attached in the lower limit section of the sample rod 5 at the low temperature of 0.3K by exhausting the helium-3 gas in the main pipe 23 using a closing exhaust air system by actuation of the helium-3 gas handling system 30.

[0029]

Although data will be acquired by the function of the measurement software of MPMS, controlling the temperature and the magnetic field of a sample after that if needed for an operating personnel Although it can be made to operate with the above software of the control unit 40 for magnetization measuring devices shown in drawing 1 in that case It enables it to operate the part which cannot be operated with the MV (Multi-View) software 41 conventionally used in MPMS with the software 42 of i-Helium3 developed in order to compensate this.

[0030]

i-Helium3 has two functions. One is the thermometry and control of i0.3-2K, and another is controlling iiMV indirectly through HSP and making it take data automatically. At least the function of i) was possible for measurement, when the operating personnel carried out the direct control of the MV, but since it was very inconvenient-to-take many data then, the function of ii-was added..That is, an operating personnel gives directions of required temperature change and magnetic field change at once to i-Helium3, i-Helium3 controls a resistance bridge with a PID temperature control device, makes the required temperature spot itself, controls MV indirectly through HSP about a magnetic field, and makes a required magnetic field. Then, i-Helium3 carries out indirect control of the MV, moves up and down the helium-3 refrigerator with which the sample was set, and acquires the data of magnetization.

[0031]

In addition, in the magnetic-measurement equipment of previous application, although the computer which controls MPMS, and the computer which measures electric resistance, a hall effect, etc. were made into another thing, in the equipment shown in the above-mentioned example, it can collect into one set and the software which controls measurement further could also be packed into one by the approach of publishing the message of an operating system.

[0032]

Measurement of electric resistance and a hall effect uses [ still more nearly general-purpose ] the above-mentioned structure nothing and besides using this as above magnetization measuring devices, since the helium-3 freezer use magnetic-measurement equipment of this invention which operates as mentioned above can make space in the main pipe 23 from the former the sample space of the low temperature to 0.3K using MPMS used widely for example, is also possible.

[0033]

[Effect of the Invention]

Since this invention was constituted as mentioned above, using MPMS widely used from the former, about 0.3K very low temperature can be generated only by adding an easy means to it, and physical properties, such as a magnetization property, can be measured by high sensitivity under the very low temperature.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the system configuration Fig. of the example of this invention.

[Drawing 2] It is the decomposition sectional view of this example.

[Drawing 3] It is the mimetic diagram of the main configuration section of this example.

[Description of Notations]

- 1 Magnetization Measuring Device
- 2 Liquid Helium Container
- 5 Sample Rod
- 6 Outer Case
- 7 Capillary
- 9 Main Process Pump
- 10 Piping
- 11 Auxiliary Pump
- 12 Sample Room
- 13 End Face
- 14 Sample Wearing Opening
- 15 Lid
- 16 Box
- 17 Lower Limit Opening
- 18 Seal Member
- 19 Opening for Pump Connection
- 20 Helium-3 Freezer
- 21 Member for Measurement
- 23 The Main Pipe
- 24 Sample Rod Wearing Opening
- 25 Opening
- 26 Side Attachment Wall
- 27 Opening
- 28 Bellows
- 29 Heat Insulation Vacuum Member
- 30 Gas Handling System
- 31 Piping
- 32 Bulb
- 33 Migration Equipment
- 34 Signal Line
- 35 Connector
- 40 Control Unit for Magnetization Measuring Devices
- 41 MV Software
- 42 I-Helium3 Software
- 43 Master Data Input Section for Measurement
- 44 HSP Software

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

**[Brief Description of the Drawings]**

[Drawing 1] It is the system configuration Fig. of the example of this invention.

[Drawing 2] It is the decomposition sectional view of this example.

[Drawing 3] It is the mimetic diagram of the main configuration section of this example.

**[Description of Notations]**

1 Magnetization Measuring Device

2 Liquid Helium Container

5 Sample Rod

6 Outer Case

7 Capillary

9 Main Process Pump

10 Piping

11 Auxiliary Pump

12 Sample Room

13 End Face

14 Sample Wearing Opening

15 Lid

16 Box

17 Lower Limit Opening

18 Seal Member

19 Opening for Pump Connection

20 Helium-3 Freezer

21 Member for Measurement

23 The Main Pipe

24 Sample Rod Wearing Opening

25 Opening

26 Side Attachment Wall

27 Opening

28 Bellows

29 Heat Insulation Vacuum Member

30 Gas Handling System

31 Piping

32 Bulb

33 Migration Equipment

34 Signal Line

35 Connector

40 Control Unit for Magnetization Measuring Devices

41 MV Software

42 I-Helium3 Software

43 Master Data Input Section for Measurement

44 HSP Software

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-87899  
(P2004-87899A)

(43) 公開日 平成16年3月18日(2004.3.18)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

HO 1 L 39/04  
GO 1 R 33/035

F 1

HO 1 L 39/04 Z A  
GO 1 R 33/035

### テーマコード（参考）

2G017  
4M114

審査請求 有 請求項の数 4 〇レ (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-248325 (P2002-248325)  
(22) 出願日 平成14年8月28日 (2002. 8. 28)

(71) 出願人 301021533  
独立行政法人産業技術総合研究所  
東京都千代田区霞が関 1-3-1

(72) 発明者 白川 直樹  
茨城県つくば市東 1-1-1 独立行政法  
人産業技術総合研究所つくばセンター内

F ターム(参考) 2G017 AA13 AD32  
4M114 AA40 BB03 CC08 CC15 DA04  
DA12 DA18 DA32

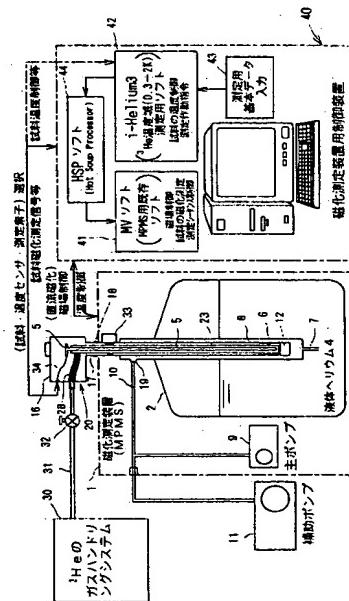
(54) 【発明の名称】 ヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置

(57) 【要約】

【課題】従来のM P M S 利用磁化測定装置においては、  
1. 8 K 程度までしか温度が下がらないため、近年注目  
を浴びている物質の特性測定に必要な 1 K 以下の温度を  
得るために手作りの装置を使用しなければならなかつ  
た。

【解決手段】試料ロッド5をヘリウム3冷凍装置20の主パイプ23内に装着し、この主パイプ23を磁化測定装置1の試料室内筒8内に挿入し、ボックス16の下端開口17を試料室内筒8に密封固定する。主パイプ23の上端部とヘリウム3ガスハンドリングシステム30とをペローズ28で連結し、試料ロッド5のコネクタと外部の磁化測定装置用制御装置40とを信号線34で接続する。液体ヘリウム容器2内は、主ポンプ9と補助ポンプ11で減圧することにより試料室内を1.5K迄温度を下げ、主パイプ23内に液体ヘリウム3を貯留し、これを減圧することにより、試料環境を0.3K迄下げることができる。

【選択図】 図 1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

試料を固定した試料ロッドと、

前記試料ロッドを装着し、該試料ロッドの周囲にヘリウム3により冷却を行う空間を形成する主パイプを備えたヘリウム3冷凍機と、

前記ヘリウム3冷凍機を装着する筒体と、該筒体外周にヘリウム4による冷却手段を備え、超伝導磁石、磁場形成手段、温度調整手段、及び磁場調整手段を備えたMPMS磁化測定装置とを備えたことを特徴とするヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置。

**【請求項 2】**

主パイプと外部のヘリウム3供給装置とを連通するベローズと、

10

前記ヘリウム3冷凍機は、前記ベローズの可動範囲の空間を気密状態に保つためのボックスと、前記筒体に気密状態でボックスを装着するために設けられた下端開口と、

前記試料ロッドと外部の制御装置とを接続する信号線と、

前記試料ロッドに温度測定手段及び温度可変手段とを備えたことを特徴とする請求項1記載のヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置。

**【請求項 3】**

前記ヘリウム4による冷却手段には、前記MPMS用主ポンプとは別設の補助ポンプを備えることを特徴とする請求項1記載のヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置。

**【請求項 4】**

前記MPMS、ヘリウム3冷凍機、試料ロッドに接続し、磁場制御、試料温度制御、測定作動を行う磁化測定装置用制御装置を備えたことを特徴とするヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置。

20

**【発明の詳細な説明】****【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、各種物質の極低温時の物性を研究するのに必要な磁化測定装置に関し、特に、従来からヘリウム4を用いて1.8K程度の極低温を発生させることができるMPMSを利用し、更にヘリウム3を用いるとともに、簡単な装置を附加するのみで0.3Kまでの極低温を発生させ、容易に所望の磁化測定を行うことができるようにしたヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置に関する。

30

**【0002】****【従来の技術】**

磁性体・超伝導体などの各種の物性を研究するには、磁化測定は欠かすことのできない手段であるが、現在、この磁化測定については、米国のQuantum Design社のMPMS(Magnetic Property Measurement System)という測定装置が、事実上の標準測定装置として広く用いられている。

**【0003】**

このMPMSの測定温度の上限は、高温オプションを導入することにより800Kに及ぶが、下限は液体ヘリウム4の減圧による1.8Kにとどまっている。そのため、近年注目を集めている、超伝導転移温度が1K前後であるRu系やRe系の超伝導酸化物、種々の重い電子系超伝導体などの特異な超伝導体の研究に際してその磁化測定をこのMPMSによって行うことは不可能である。なお、磁性体の例を挙げれば、世界初の純粋有機強磁性体であるpNPNの強磁性転移温度は0.6Kであったため、手作りの装置で研究が行われた。

40

**【0004】****【発明が解決しようとする課題】**

上記のように、従来から広く用いられてきたMPMSは1.8K程度までしか温度が下がらないため、前記のように近年注目されている種々の物質の磁化測定を行うことができなかった。そのため、特別に1.8K以下で磁化測定を行うことができる装置を作成する必要があるが、その際はいわゆる特注品となるためきわめて高価なものとならざるを得ず、

50

また汎用性がないため、作成された装置を広範な分野で使用することは困難である。

【0005】

また、このような特注品の装置では、超伝導干渉素子（SQUID）を用いて直流磁化を測定できるように構成することは極めて困難であり、交流磁化を測定するしかなくなる。しかしながら、このような交流磁化による測定は感度が低く、磁化の大きさを直接判定することができない。更に、直流磁化を測定する場合であっても、引き抜き法・振動試料法・磁場挿引法など旧式の測定法を用いることとなり、超高感度のSQUIDを用いて計測を行うことができなかった。そのため、上記のようなSQUIDを用いることにより得られる超高感度の恩恵を受けられずにいた。

【0006】

したがって本発明は、従来から広く用いられているMPMS（Magnetic Property Measurement System）を用いて、それに対して簡単な手段を付加するのみで0.3K程度の極低温を発生させることができるようにし、その極低温下で磁化特性を高感度で測定することができるようとした、ヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置を提供することを主たる目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記のような現状を踏まえて、現在広く利用されている市販の磁化測定装置としてのMPMSを利用して、0.3Kまでの極低温下での磁化測定が可能な装置を開発したものである。また、この装置と本件発明者による先の発明である特願2001-353149号に示された技術を併用することで、0.3Kまでの電気抵抗およびホール効果測定を行うことができるようとしたものである。

【0008】

本発明の基本的な考え方とは、MPMSが提供する1.8Kの空間を、補助ロータリーポンプにより1.5Kに下げ、その中に上下動可能な小型のヘリウム3冷凍機を挿入し、冷凍機全体をピックアップコイル中で上下させることで、直流磁化を測定するというものである。ヘリウム3冷凍機は試料の温度を0.3Kまで下げることができる。冷凍機全体を上下させることで、試料のみを液化ヘリウム3中で上下させる場合と異なり、試料温度を一定に保つことができる。本発明は上記のような基本的な技術思想に基づき、上記課題を解決するため下記のような構成を採用したものである。

【0009】

即ち、請求項1に係る発明は、試料を固定した試料ロッドと、前記試料ロッドを装着し、該試料ロッドの周囲にヘリウム3により冷却を行う空間を形成する主パイプを備えたヘリウム3冷凍機と、前記ヘリウム3冷凍機を装着する筒体と、該筒体外周にヘリウム4による冷却手段を備え、超伝導磁石、磁場形成手段、温度調整手段、及び磁場調整手段を備えたMPMS磁化測定装置とを備えたことを特徴とするヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置としたものである。

【0010】

また、請求項2に係る発明は、主パイプと外部のヘリウム3供給装置とを連通するベローズと、前記ヘリウム3冷凍機は、前記ベローズの可動範囲の空間を気密状態に保つためのボックスと、前記筒体に気密状態でボックスを装着するために設けられた下端開口と、前記試料ロッドと外部の制御装置とを接続する信号線と、前記試料ロッドに温度測定手段及び温度可変手段とを備えたことを特徴とする請求項1記載のヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置としたものである。

【0011】

また、請求項3に係る発明は、前記ヘリウム4による冷却手段には、前記MPMS用主ポンプとは別設の補助ポンプを備えることを特徴とする請求項1記載のヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置としたものである。

【0012】

また、請求項4に係る発明は、前記MPMS、ヘリウム3冷凍機、試料ロッドに接続し、

10

20

30

40

50

磁場制御、試料温度制御、測定作動を行う磁化測定装置用制御装置を備えたことを特徴とするヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置としたものである。

#### 【0013】

##### 【発明の実施の形態】

本発明の実施例を図面に沿って説明する。図1は本発明によるヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置の構造を模式的に示すと共に、磁化測定装置用制御装置のソフト構成を示した図である。同図におけるヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置の基本構成は、従来から上記のようにMPMSと称して広く用いられている装置の主要構成部分を利用した磁化測定装置1を用いている。この装置においては、内部の液体ヘリウム容器2に上部の開口から、後述するようなヘリウム3冷凍装置20を装着可能とし、このヘリウム3冷凍装置20内に、従来からMPMSに用いられているものと同様に試料ロッド5を装着することができるようしている。

10

#### 【0014】

この磁化測定装置1における測定装置としての基本機能は、試料ロッド5に固定した磁性試料によって発生する微小磁場を、超伝導体のジョセフソン効果を応用したSQUID素子で検出することができるようになっており、磁性物質の磁化率、磁化曲線、及び超伝導体試料のマイスナー効果の測定等を行うことができる。

20

#### 【0015】

上記磁化測定装置1及びヘリウム3冷凍装置20等の、より詳細な構成は図2に分解図として、また図3に一部構成を拡大して示した模式図に示すように、液体ヘリウム4を収容する液体ヘリウム容器2内に、その上部開口から円筒状の外筒6が吊り下げられており、その下端面には液体ヘリウム容器2内に貯留される液体ヘリウム4中に延びて開口する細管7を備えている。

30

#### 【0016】

この外筒6は液体ヘリウム容器2の上方外部に延び、その側壁部にポンプ接続用開口19を備えており、ポンプ接続用開口19には従来のMPMSにおいて備えている主ポンプ9が配管10によって接続されている。更にこの装置においては前記配管10に対して図1に示すように補助ポンプ11も接続しており、後述するように、主ポンプ9の作動に加えてこの補助ポンプ11を作動することによって、試料室12内をより低温にすることができるようしている。

30

#### 【0017】

外筒6の内側には円筒状の試料室内筒8を備え、その試料室内筒8の下端には細管7の開口から離れた位置に端面13を備えるとともに、その上端部は外筒6の上端部よりも更に上方に延び、試料装着開口14を形成しており、その直下に測定空間を大気から遮断するためのバルブ、試料ロッドが一部太くなっている部分をキャッチして試料ロッドを上下動させる駆動機構33が存在する。また試料装着開口14に対して、図2(c)に示すような蓋15、及び同図(b)に示すようなボックス16の下端開口17と、密封性良いウィルソンシール等のシール部材18により接続できるようになっている。なお、ウィルソンシールは、ねじを締めこむとOリングが中央のパイプを締め付けて真空を封止することができる。該シール部分はまた、ウィルソンシール方式に限られるものではなく、Oリングガスケットを用いたフランジで構成しても良い。

40

#### 【0018】

図2(a)に示すように、下方に複数の試料片、ヒータ、温度センサ等の測定用部材21を固定した試料ロッド5は、図2(b)に示すようなヘリウム3冷凍装置20の蓋36を開けることにより、主パイプ23の上端部に形成した試料ロッド装着開口24から主パイプ23内に挿入して装着可能となっている。なお、上記のように試料ロッド5を主パイプ23内に挿入した際には、試料ロッド装着開口24部分に設けたウィルソンシール等のシール部材38により密封性良くシールを行うことができるようしている。なお、図示実施例においては、主パイプ23の下部外周に断熱真空部材29を設け、主パイプ23内部をその外部の試料室12の空間から断熱を行なうようしている。

50

## 【0019】

ヘリウム3冷凍装置20は図2(b)、或いは図3の模式図に示すように、主パイプ23の上部側壁に設けた開口25と、ボックス16の側壁26の開口27との間をベローズ28によって接続し、ヘリウム3のガスハンドリングシステム30によって、後述するように主パイプ23内の排気、主パイプ23へのヘリウム3の導入、気化ヘリウム3の排出による減圧を行うことができるようしている。なお、ヘリウム3のガスハンドリングシステム30と開口27との間は配管31により接続し、その途中にバルブ32を設けている。

## 【0020】

また、このようなヘリウム3のガスハンドリングシステム30を設けたものにおいて、主パイプ23をボックス16に対して移動可能とし、それにより、磁化測定装置1の外筒6に固定されるボックス16に対して、移動装置33により主パイプ23を上下動可能とし、試料ロッド5を測定時に上下動させ、外筒6の外周に巻き付けられたピックアップコイルに、試料の磁化に比例した誘導起電力を発生せしめ、S Q U I Dにて検出する。

## 【0021】

図2(b)に示すように、ボックス16の側壁26から内部に対して信号線34を延出しておる、図1及び図3に示すように主パイプ23に試料ロッド5を装着した際には、試料ロッド5の上端部に設けたコネクタ35に接続する。それにより、図1に示すような磁化測定装置用制御装置40と信号の授受を可能としている。なお、磁化測定装置1においても、その内部の磁場制御、温度制御のため、磁化測定装置用制御装置40と接続可能となっている。

## 【0022】

磁化測定装置用制御装置40は図1に示すように、従来から磁化測定装置1の制御用ソフトとして既に存在するMV(Multi-view)ソフト41を用いて作動させることができ、本発明においてはヘリウム3冷凍装置20を用いてヘリウム3の0.3~2Kの温度範囲の磁化測定を行うため、図中i-Helium3として示しているソフト42を更に用いている。

## 【0023】

このi-Helium3のソフト42によって、試料ロッド5上の試料・温度センサー・ヒーターとの入出力を単独で直接行うことができ、また、この磁化測定装置が所定の作動を行うことができるように、予め利用者が測定作動指令としての測定用基本データ入力43を行うようにしている。それにより、測定作動中はi-Helium3のソフトの指令が、現在広く用いられているHSPソフト44を介してMVソフト41を作動させ、MVソフト41のシーケンス制御手段によって、磁化測定装置1内の磁場制御、試料の磁化測定、更には試料磁化測定信号の入力処理等を行うことができるようしている。

## 【0024】

上記のような装置を組み合わせて構成した本発明によるヘリウム3冷凍機利用磁化測定装置において、その使用に際しては、最初図2に示すように各部材が分解されている状態から、図2(a)に示すように温度センサーとヒーターが固定されている試料ロッド5に試料を装着し、図2(b)に示すようなボックス16の天井部の蓋36を開けて主パイプ23の試料ロッド装着開口24中に挿入した後、図3に示すように主パイプ23の上端部のウィルソンシール等のシール部材38により確実にシールを行う。

## 【0025】

その後、試料ロッド5上部のコネクタ35に、ボックス16内に延出している信号線34のコネクタを連結する。この信号線34を通じて試料温度の計測とその制御が行なわれる。次いでボックス16天井部の蓋36を閉めて内部を密封する。その後、図1に示すヘリウム3のガスハンドリングシステム30により、ベローズ28を介して主パイプ23内を高真空排気系で予備排気し、その状態でバルブ32を閉じる。

## 【0026】

次いで、磁化測定装置用制御装置40のMPMS制御ソフトであるMVソフトの機能を用

10

20

30

40

50

いて試料空間を300Kに暖め、ベントバルブを開けてヘリウムガスのカーテンができるようにしておき、図2,(c)に示す試料室内筒8の最上部の試料装着開口14の蓋15を開ける。この試料装着開口14に対して、前記のように試料ロッド5を装着したヘリウム3冷凍装置20の主パイプ23を挿入し、試料装着開口14とボックス16の下端開口17とを当接させ、シール部材18で封止する。なおこのシール部材18は、MPMSの標準品ではシール性が不十分であるので、上記のようにウィルソンシールに交換し、シール性を高めている。

#### 【0027】

その後、バルブ32を解放し、ヘリウム3のガスハンドリングシステム30によって主パイプ23内を高真空に排気しながら、磁化測定装置用制御装置40におけるMPMSの制御ソフトであるMVソフト41の機能により主ポンプ9を作動し、試料空間を1.8Kに冷却する。ここでロータリポンプ等からなる補助ポンプ11を更に稼動させると、試料空間の温度を約1.5Kに下げることができる。

10

#### 【0028】

この状態で、ヘリウム3ガスハンドリングシステム30の作動により、液体窒素トラップを通じてヘリウム3ガス(<sup>3</sup>Heガス)を主パイプ23内に導入すると、ヘリウム3ガスが液化され、主パイプ23の下方に貯留する。所定量の液化ヘリウム3ガスの貯留後、ヘリウム3ガスハンドリングシステム30の作動により閉鎖排気系を用いて主パイプ23内のヘリウム3ガスを排気することにより、試料ロッド5の下端部に取り付けた試料の周囲を0.3Kの低温に維持することが可能となる。

20

#### 【0029】

その後は、測定者の必要に応じて試料の温度と磁場を制御しつつ、MPMSの測定ソフトの機能によりデータを取得していくことになるが、その際は、図1に示す磁化測定装置用制御装置40の前記のようなソフトによって作動させることができるものであるが、従来よりMPMSにおいて用いているMV(Multi-View)ソフト41で作動させることができない部分はこれを補うために開発したi-HeLium3のソフト42によって作動させることができるようにしている。

#### 【0030】

i-HeLium3は二つの機能を持つ。一つは、i) 0.3~2Kの温度測定・制御で、もう一つは、ii) MVをHSPを介して間接的に制御し、データを自動的にとらせることがある。i)の機能だけでも、測定者がMVを直接操作すれば測定は可能であるが、それでは多くのデータをとりたい場合非常に不便なので、ii)の機能を付け加えた。即ち、測定者はi-HeLium3に対して、必要な温度変化・磁場変化の指示を一度与える。i-HeLium3は必要な温度点を、PID温度制御機構付き抵抗ブリッジを制御して自ら作り出し、磁場に関してはHSPを介してMVを間接的に制御して、必要な磁場を作り出す。その後、i-HeLium3はMVを間接制御して、試料がセットされたヘリウム3冷凍機を上下動させて、磁化のデータを取得する。

30

#### 【0031】

なお、先の出願の磁気測定装置においては、MPMSを制御するコンピューターと電気抵抗・ホール効果等を測定するコンピューターは別のものとしていたが、上記実施例に示す装置においては、オペレーティングシステムのメッセージを発行する方法により、1台にまとめることができ、さらに測定の制御を行なうソフトウェアも一つにまとめることができるようになった。

40

#### 【0032】

上記構造をなし、前記のように作動する本発明のヘリウム3冷凍装置利用磁気測定装置は、従来から広く用いられているMPMSを利用して、主パイプ23内の空間を0.3K迄の低温の試料空間とすることができますので、これを上記のような磁化測定装置として用いる以外に、更に汎用的に用いることができる、例えば電気抵抗・ホール効果の測定も可能である。

#### 【0033】

50

## 【発明の効果】

本発明は上記のように構成したので、従来から広く用いられているM P M Sを用い、それに対して簡単な手段を付加するのみで0.3K程度の極低温を発生させることができ、その極低温下で磁化特性等の物性を高感度で測定することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例のシステム構成図である。

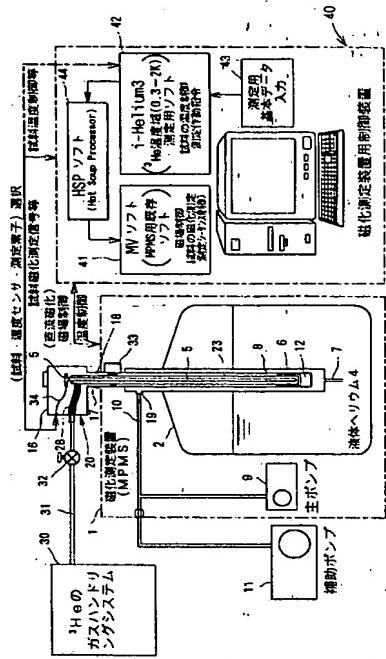
【図2】同実施例の分解断面図である。

【図3】同実施例の主要構成部の模式図である。

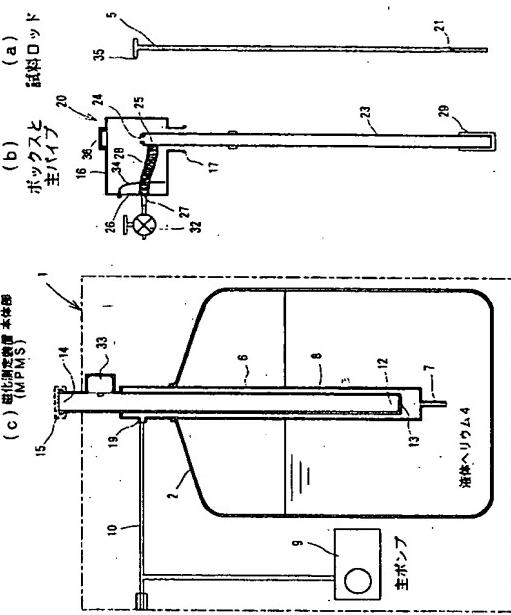
## 【符号の説明】

1	磁化測定装置	10
2	液体ヘリウム容器	
5	試料ロッド	
6	外筒	
7	細管	
9	主ポンプ	
10	配管	
11	補助ポンプ	
12	試料室	
13	端面	
14	試料装着開口	20
15	蓋	
16	ボックス	
17	下端開口	
18	シール部材	
19	ポンプ接続用開口	
20	ヘリウム3冷凍装置	
21	測定用部材	
23	主パイプ	
24	試料ロッド装着開口	
25	開口	30
26	側壁	
27	開口	
28	ベローズ	
29	断熱真空部材	
30	ガスハンドリングシステム	
31	配管	
32	バルブ	
33	移動装置	
34	信号線	
35	コネクタ	
40	磁化測定装置用制御装置	
41	M V ソフト	
42	i - H e l i u m 3 ソフト	
43	測定用基本データ入力部	
44	H S P ソフト	

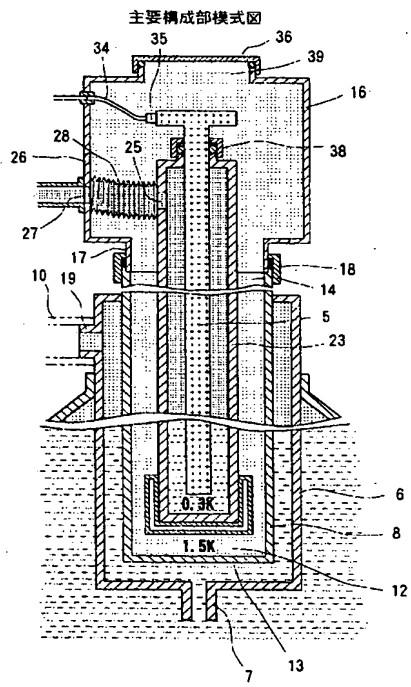
【図 1】



【図 2】



【図 3】



BEST AVAILABLE COPY